

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-119578

(P2003-119578A)

(43)公開日 平成15年4月23日 (2003.4.23)

(51)Int.Cl.

C 23 C 30/00
14/34
// F 16 C 33/12

識別記号

F I

C 23 C 30/00
14/34
F 16 C 33/12

テーマコード(参考)

C 3 J 0 1 1
N 4 K 0 2 9
Z 4 K 0 4 4

審査請求 有 請求項の数4 OL (全3頁)

(21)出願番号

特願2001-316973(P2001-316973)

(22)出願日

平成13年10月15日 (2001.10.15)

(71)出願人 301023238

独立行政法人物質・材料研究機構
茨城県つくば市千現1丁目2番1号

(72)発明者 後藤 真宏

茨城県つくば市千現1丁目2番1号 独立
行政法人物質・材料研究機構内

(72)発明者 笠原 章

茨城県つくば市千現1丁目2番1号 独立
行政法人物質・材料研究機構内

(72)発明者 土佐 正弘

茨城県つくば市千現1丁目2番1号 独立
行政法人物質・材料研究機構内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 低摩擦材料とその作製方法

(57)【要約】

【課題】 大気から超高真空雰囲気まで優れた低摩擦特性を安定して示し、高湿度から乾燥状態までの繰り返し使用を可能とする高い耐久性、長寿命化を図る。

【解決手段】 基材表面に銅酸化物の薄膜が形成され、大気から超高真空雰囲気まで低摩擦特性を示す。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材表面に銅酸化物の薄膜が形成され、大気から超高真空雰囲気まで低摩擦特性を示すことを特徴とする低摩擦材料。

【請求項2】 銅酸化物の薄膜は、その組成がCuOであり、微結晶若しくはアモルファス状態にある請求項1記載の低摩擦材料。

【請求項3】 銅酸化物をターゲットとし、マグネットロンスパッタ蒸着法により基材表面に銅酸化物の薄膜を形成し、大気から超高真空雰囲気まで低摩擦特性を示す低摩擦材料を作製することを特徴とする低摩擦材料の作製方法。

【請求項4】 銅酸化物の薄膜は、その組成がCuOであり、微結晶若しくはアモルファス状態にある請求項3記載の低摩擦材料の作製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この出願の発明は、低摩擦材料とその作製方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、大気から超高真空雰囲気まで優れた低摩擦特性を安定して示し、高湿度から乾燥状態までの繰り返し使用を可能とする高い耐久性、長寿命化が期待される、新しい低摩擦材料とその作製方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】 宇宙ステーションの駆動部などの真空中で使用される低摩擦材料には、MoS₂、WS₂などの硫化物系薄膜の使用が主流となっている。しかしながら、宇宙空間では、原子状酸素の衝突による材料の表面酸化が起こりやすく、このため、駆動部材の寿命には限りがあった。また、上記硫化物系薄膜は層状物質であるため、摩擦により摩擦粉が生じ、その結果、周辺機器に影響を及ぼすという問題もあった。

【0003】 以上の問題を解消するために、真空中で使用される駆動部材、特に摺動部材、の表面をあらかじめ酸化しておき、表面硬度を大きくした材料を使用するなどの対応が検討されたが、従来、候補に上がった酸化物の中で前記MoS₂、WS₂などの硫化物系薄膜に匹敵する低摩擦特性を示すものは見出されていない。

【0004】 他方、地上と上空を繰り返し行き来する航空機用の駆動部材については、大気から減圧雰囲気まで十分な低摩擦特性を示すばかりでなく、高湿度から乾燥状態までの繰り返し使用を可能とする高い耐久性、長寿命の材料であることが望まれる。ところが、前述のMoS₂、WS₂など硫化物は高湿度に弱いという問題もあった。

【0005】 さらに、航空宇宙分野に限らず、他の分野、たとえば電力分野などにおいても、真空中で低摩擦特性を示す長寿命でクリーンな材料への要求が潜在的にある。たとえば真空遮断器材料などがそれに該当する。

10

20

30

40

50

【0006】 この出願の発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、大気から超高真空雰囲気まで優れた低摩擦特性を安定して示し、高湿度から乾燥状態までの繰り返し使用を可能とする高い耐久性、長寿命化が期待される、新しい低摩擦材料とその作製方法を提供することを解決すべき課題としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】 この出願の発明の発明者は、CuBN薄膜の表面にエキシマレーザを照射すると、摩擦力が低下する現象を発見した。この現象の原因を調べると、薄膜の表面付近の層に大量の酸素原子が打ち込まれていることが確認された。1800回のレーザ照射により酸化される薄膜の厚さは、約400nmであった。

【0008】 そこで、Cu、B、N、及びO原子を組み合わせ、各種の化合物からなる薄膜を作製し、その摩擦測定を行った結果、銅酸化物が特に低い摩擦特性を示すことが明らかとなった。そして、CuOをターゲットとし、銅酸化物のみからなる薄膜を作製したところ、大気から超高真空雰囲気まで、また、高湿度から乾燥状態まで、後述する実施例に示すような低い摩擦力となることが見出された。この出願の発明は、以上の技術知見に基づいて完成されたものである。

【0009】 すなわち、この出願の発明は、前述の課題を解決するものとして、基材表面に銅酸化物の薄膜が形成され、大気から超高真空雰囲気まで低摩擦特性を示すことを特徴とする低摩擦材料（請求項1）を提供する。

【0010】 また、この出願の発明は、請求項1に係る発明に関し、銅酸化物の薄膜は、その組成がCuOであり、微結晶若しくはアモルファス状態にあること（請求項2）を一実施形態として提供する。

【0011】 さらに、この出願の発明は、銅酸化物をターゲットとし、マグネットロンスパッタ蒸着法により基材表面に銅酸化物の薄膜を形成し、大気から超高真空雰囲気まで低摩擦特性を示す低摩擦材料を作製することを特徴とする低摩擦材料の作製方法（請求項3）を提供する。

【0012】 そして、銅酸化物の薄膜は、その組成がCuOであり、微結晶若しくはアモルファス状態にあること（請求項4）を一実施形態として提供する。

【0013】

【発明の実施の形態】 以下、実施例を示しつつ、この出願の発明の低摩擦材料とその作製方法についてさらに詳しく説明する。

【0014】

【実施例】 銅酸化物（CuO）をターゲットとし、基板との距離を3cmとして100Wのパワーで高周波マグネットロンスパッタ蒸着法により、真空中で使用される駆動材料として汎用的な、SUS304ステンレス鋼製圧子材の表面に銅酸化物の薄膜を成膜した。その膜厚は、約3μmであった。

そして、大気から超高真空領域まで雰囲気を変化させて

この圧子材間での摩擦係数を測定した。その結果を示したのが表1である。

【0015】

【表1】

圧子材の種類	摩擦係数(μ)	
	大気中	真空中(5×10 ⁻⁶ Pa)
ステンレス鋼(SUS304)	0.064	0.069
アルミナ(Al ₂ O ₃)	0.065	0.065

【0016】表1に示した通り、SUS304ステンレス鋼圧子材の摩擦係数は、大気、超高真空雰囲気ともにほとんど変わらず、非常に良好な極低摩擦特性を示すことが確認される。

【0017】また、このSUS304ステンレス鋼製圧子材の摩擦係数は、雰囲気を高湿度から乾燥状態へ、逆に乾燥状態から高湿度状態に戻しても、その極低摩擦特性を保持した。

【0018】圧子材を構成する材料による摩擦特性の依存性を調べるために、SUS304ステンレス鋼とは全く性質の異なるアルミナセラミックス製圧子材の表面に、同様に、銅酸化物をターゲットとし、高周波マグнетロンスパッタ蒸着法により、銅酸化物の薄膜を成膜した。そして、大気から超高真空領域まで雰囲気を変化させてこの圧子材間での摩擦係数を測定した。その結果を表1に合わせて示した。

【0019】圧子材を構成する材料にかかわらず、大気、超真空雰囲気とも変わらない非常に良好な極低摩擦特性を示すことが確認される。

【0020】以上の結果から、この出願の発明の低摩擦材料は、大気から超高真空雰囲気まで優れた低摩擦特性を安定して示すものであり、しかも、表面はすでに酸化物が形成されているため、酸化の影響は小さいと考えられ、したがって、宇宙ステーションや航空機などの過酷

な環境下で使用される駆動部材用材料として適用可能であり、その長寿命化が図られると考えられる。また、表面の銅酸化物薄膜により、高湿度から乾燥状態までの繰り返し使用を可能とする高い耐久性、長寿命化が期待される。このことから、上記駆動部材に従来必要であった非常に高額なメンテナンスコストの削減が図られ、経済的にも有利となる。

【0021】なお、実施例において作製した圧子材表面の銅酸化物の薄膜については、XRD(X線回折法)の結果、回折スペクトルが観察されなかった。したがって、銅酸化物の薄膜は、CuOの微結晶若しくはアモルファス状態にあると考えられる。このことは、オージェ電子スペクトルの結果と一致しており、オージェ電子スペクトルの結果からは、150Å以上の分解能では、CuとOとが偏りなく一面に分布していることが確認された。したがって、実施例において作製した圧子材表面の銅酸化物の薄膜は、CuOの微結晶若しくはアモルファス状態にあると考えられる。CuOの結晶ピークが現れる薄膜は、摩擦力が結晶ピークの現れない薄膜よりも非常に大きな、これまでに酸化銅材料について確認されている摩擦力に相当する摩擦力を示す。

【0022】もちろん、この出願の発明は、以上の実施例により限定されるものではない。基材の材質、マグネットロンスパッタ蒸着法の条件などの細部については様々な態様が可能であることはいうまでもない。

【0023】

【発明の効果】以上詳しく述べた通り、この出願の発明によって、大気から超高真空雰囲気まで優れた低摩擦特性を安定して示し、高湿度から乾燥状態までの繰り返し使用を可能とする高い耐久性、長寿命化が期待される、新しい低摩擦材料が提供される。

フロントページの続き

(72) 発明者 吉原 一紘
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 独立
行政法人物質・材料研究機構内

F ターム(参考) 3J011 AA20 DA01 SB03
4K029 AA02 BA43 BB08 BB10 BC02
BD04 CA05 DC05 DC39
4K044 AA03 AB02 BA12 BB01 BC01
CA11 CA13 CA41

[Title of the invention] Low-friction material and method of producing the same

[Abstract]

[Object]

A low-friction material having a higher durability and a longer lifetime that exhibits a superior low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere and allows repeated use both in high-humidity and dry states.

[Solving means]

The low-friction material has a copper oxide thin film formed on the surface of a base material and exhibits a low-friction property both in the atmosphere and an ultra-high vacuum atmosphere.

[Claims]

[Claim 1] A low-friction material, characterized by having a copper oxide thin film formed on the surface of a base material and exhibiting a low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere.

[Claim 2] The low-friction material according to Claim 1, wherein the copper oxide thin film is composed of CuO and in the microcrystalline or amorphous state.

[Claim 3] A method of producing a low-friction material exhibiting a low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere, characterized by using copper oxide as a target and forming the copper oxide thin film on the surface of a base material by the magnetron sputter deposition.

[Claim 4] The method of producing a low-friction material according to Claim 3, wherein the copper oxide thin film is composed of CuO and in the microcrystalline or amorphous state.

[Detailed description of the invention]

[0001]

[Technical field]

The invention of the present application relates to a low-friction material and a

method of producing the same. In particular, the invention of the present application relates to a low-friction material having a higher durability and a longer lifetime that exhibits a superior low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere and allows repeated use both in high-humidity and dry states, and a method of producing the same.

[0002]

[Prior art and problems to be solved]

Thin films based on sulfides such as MoS₂ and WS₂ have been mainly used as the low-friction materials for use under vacuum such as the driving parts in space station. However, the surface of the materials is easily oxidized by collision of atomic oxygen in aerospace and thus, the driving parts had a limited lifetime. The sulfide-based thin films in the layer shape caused the problems of generating friction powder by friction, consequently exerting adverse effects on the peripheral devices.

[0003]

To overcome the problems above, use of driving parts, in particular sliding parts, having a surface previously oxidized and thus having a greater surface hardness under vacuum was studied, but among the oxides hitherto studied, there was no oxide that has a low-friction property equivalent to that of the sulfide-based thin films such as MoS₂ and WS₂.

[0004]

On the other hand, a low-friction material having a higher durability and a longer lifetime that exhibits a superior low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere and allows repeated use both in high-humidity and dry states is preferable for the driving parts in airplane that comes and goes between land and space. However, the sulfides described above such as MoS₂ and WS₂ had a problem of faster degradation under high humidity.

[0005]

There is a potential need for a longer-life, clean low-friction material that exhibits a low-friction property under vacuum, not only in the aerospace field but also in other fields, for example, in the power field. Vacuum breaker material is such an example.

[0006]

An object of the invention of the present application, which was made under the circumstances above, is to provide a low-friction material having a higher durability and a longer lifetime that exhibits a superior low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere and allows repeated use both in high-humidity and dry states, and a method of producing the same.

[0007]

[Means for solving the problems]

The inventors of the invention of the present application have found that irradiation on the surface of a CuBN thin film with excimer laser leads to decrease in frictional force. Further studies of the reason for this phenomenon has confirmed that a great amount of oxygen atoms were injected on the layer close to the surface of the thin film. The thickness of the thin film oxidized after 1,800 laser irradiations was approximately 400 nm.

[0008]

Thus, thin films of various compounds in combination of Cu, B, N, and O atoms were prepared and the frictions thereof were measured, revealing that copper oxide had a particularly low friction property. A thin film only of copper oxide was prepared by using CuO as a target and found to have a low frictional force, as shown in the Example below, both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere as well as both in high-humidity and dry states. The invention of the present application is completed on the basis of the technological findings above.

[0009]

Accordingly, to solve the problems described above, the invention of the present

application provides a low-friction material, characterized by having a copper oxide thin film formed on the surface of a base material and exhibiting a low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere (Claim 1).

[0010]

It also provides the low-friction material according to Claim 1, wherein the copper oxide thin film is composed of CuO and in the microcrystalline or amorphous state (Claim 2).

[0011]

The invention of the present application further provides a method of producing a low-friction material exhibiting a low-friction property both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere, characterized by using copper oxide as a target and forming a copper oxide thin film on the surface of a base material by the magnetron sputter deposition (Claim 3).

[0012]

It also provides the method of producing a low-friction material, wherein the copper oxide thin film is composed of CuO and in the microcrystalline or amorphous state (Claim 4), as an embodiment.

[0013]

[Embodiments]

Hereinafter, the low-friction material according to the invention of the present application and the process for manufacturing the same will be described in more detail with reference to an Example.

[0014]

[Example]

A copper oxide thin film was formed on the surface of an SUS304 stainless steel indenter material, a common driving material used under vacuum, by the high-frequency magnetron-sputtering vapor deposition method, at a power of 100 W while using copper

oxide (CuO) as a target and maintaining the distance thereof with the substrate at 3 cm. The thickness of the film formed was approximately 3 μm . The friction coefficients between the indenters were determined, while changing the environment in the range from air to ultra-high vacuum. The results are summarized in Table 1.

[0015]

[Table 1]

Kind of indenter material	Friction coefficient (μ)	
	In the atmosphere	Under vacuum (5×10^{-6} Pa)
Stainless steel (SUS304)	0.064	0.069
Alumina (Al_2O_3)	0.065	0.065

[0016]

As shown in Table 1, the friction coefficients of the SUS304 stainless steel indenter material had a very favorable ultralow-friction property both in the atmosphere and in an ultra-high vacuum atmosphere.

[0017]

The ultralow-friction property of the SUS304 stainless steel indenter material did not vary even when the environment was changed from a high-humidity state to a dry state or reversely when it was changed from a dry state to a high-humidity state.

[0018]

To investigate the dependence of the friction property on the kind of the material used as the indenter material, a copper oxide thin film was formed on the surface of an alumina ceramic indenter material, which is completely different in property from the SUS304 stainless steel, similarly by high-frequency magnetron sputter deposition while using copper oxide as a target. Then, the friction coefficients between the indenter

materials were determined, while changing the environment in the range from air to an ultra-high vacuum. The results are summarized in Table 1.

[0019]

The results confirmed that the copper oxide film exhibited a very favorable ultralow-friction property both in the atmosphere and in an ultra-high vacuum atmosphere independent of the material used as the indenter.

[0020]

As apparent from the results above, the low-friction material according to the invention of the present application exhibits a superior low-friction property consistently both in the atmosphere and under ultra-high vacuum atmosphere and is resistant to oxidation because an oxide film is already formed on the surface, and thus, would be applicable as a material for the driving parts used in extreme environment, for example in space station and airplane, and effective in elongating the lifetime thereof. In addition, the copper oxide thin film on surface are effective in improving the durability and elongating the lifetime of the parts, allowing repeated use in various conditions from a high-humidity state to a dry state. It in turn reduces the maintenance cost for the driving parts above, which amounted to a significant value in the past, and is thus advantageous economically.

[0021]

There was no diffraction spectrum observed from the copper oxide thin films on the surface of the indenter materials prepared in the Example above by XRD (X-ray diffractometry). Accordingly, the copper oxide thin films seem to be in the microcrystalline of CuO or amorphous state. The results agree well with those by Auger electron spectra, which confirmed that Cu and O were distributed evenly over the surface at a resolution of 150Å or larger. Thus, the copper oxide thin films prepared in the Example above on the surface of the indenter materials seem to be in the microcrystalline of CuO or amorphous state. Thin films having crystal peaks of CuO have a frictional

force significantly larger than thin films having no crystal peaks and equivalent to that hitherto observed in copper oxide materials.

[0022]

The invention of the present application is, of course, not restricted by the Example above. Needless to say, various modifications of the kind of base material and the conditions of the magnetron sputter deposition method are possible.

[0023]

[Effect of the invention]

As described above in detail, the invention of the present application provides a new low-friction material that exhibits a superior low-friction property both in the atmosphere and in an ultra-high vacuum atmosphere, allows repeated use in various conditions from a high-humidity condition to a dry condition, and would be effective in improving durability and elongating lifetime.